

1/9/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

004118612

WPI Acc No: 1984-264153/ 198443

XRAM Acc No: C84-111801

**Level dyeing and softening of polyamide or cellulose fibres - using  
alkanolamine salts of partial phosphoric acid ester(s) of alkylene oxide  
addn. prods. of fatty acid acylated polyalkylene polyamine**

Patent Assignee: BOEHME KG TH (BOHT )

Inventor: BERGER W; JUNG K

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 1619372	A	19710311	DE B903542	A	19670719	198443 B

Priority Applications (No Type Date): DE B93542 A 19670719

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
DE 1619372	A	9		

Abstract (Basic): DE 1619372 A

Dyeing is carried out in the presence of the alkanolamine salts of partial polyphosphoric acid esters of alkylene oxide addn. prods. of fatty acid acylated polyalkylenepolyamines, esp. ethanolamine- and/or propanolamine salts of partial phosphoric acid esters of adducts of 10-20 alkylene oxide units with fatty acid acylated polyalkylenepolyamines.

The esters are made by (i) converting polyalkylenepolyamines such as diethylenetriamine, triethylenetetramine, etc., into the mono-or diamides with fatty acids or fatty acid mixts., (ii) converting into alkylene oxide adducts by addn of 10-20 ethylene oxide units, (iii) reacting with P4O10 to form the acid ester and (iv) neutralising with alkanolamines.

ADVANTAGE - The partial polyphosphoric acid esters are esp. useful as replacements for natural lecithin in dyeing processes, and in comparison with natural lecithin are light coloured, resistant to normal processing temps., resistant to rotting, and have excellent dye dispersion characteristics. The treated fabrics have a soft handle.

0/0

Title Terms: LEVEL; DYE; SOFTEN; POLYAMIDE; CELLULOSE; FIBRE; ALKANOLAMINE;  
SALT; PHOSPHORIC; ACID; ESTER; ALKYLENE; OXIDE; ADD; PRODUCT; FATTY; ACID  
; ACYLATED; POLY; ALKYLENE; POLY; AMINE

Derwent Class: A23; A35; F06

International Patent Class (Additional): D06P-000/00

File Segment: CPI

51

Int. Cl.:

D 06 p

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 8 m, 1/01

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 1 619 372

Aktenzeichen: P 16 19 372.9 (B 93542)

Anmeldetag: 19. Juli 1967

Offenlegungstag: 11. März 1971

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Verfahren zum gleichzeitigen Egalisieren, Färben und Weichmachen natürlicher und synthetischer Polyamidfasern sowie von Cellulose und Celluloseregeneratfasern

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Dr. Th. Böhme KG, Chem. Fabrik, 8192 Gartenberg

Vertreter: —

72

Als Erfinder benannt: • Jung, Karlheinz, Dr., 8021 Icking; Berger, Wolfgang, 8192 Gartenberg

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 12. 9. 1969

ORIGINAL INSPECTED

⊕ 2.71 109 811/1901

5/90

DT 1 619 372

Verfahren zum gleichzeitigen egalisierenden Färben  
und Weichmachen natürlicher und synthetischer  
Polyamidfasern sowie von Cellulose und Cellulose-  
regeneratfasern.

---

Zum Färben von synthetischen und natürlichen Polyamidfasern werden vielfach Dispersionsfarbstoffe verwendet. Das Migrierverhalten dieser Farbstoffe wird durch Zusatz von anionischen Hilfsmitteln, wie Fettalkoholsulfaten, Ölsulfonaten und dgl. mehr begünstigt, wobei allerdings die Weichmacheffekte in den meisten Fällen ungenügend sind, so daß nach dem Färbeprozess noch eine weichmachende oder avivierende Behandlung erfolgen muß. In neuerer Zeit sind verschiedenartige Hilfsmittel bekannt geworden, welche eine kombinierte Egalisier- und Weichmachwirkung ausüben sollen und auf der Grundlage von Lecithinen, meist pflanzlicher Herkunft, aufgebaut sind, meist im Gemisch mit anionaktiven und/oder nichtionogenen Emulgatoren.

Solche Gemische haben an sich eine recht gute Wirkung, jedoch machen sich verschiedene Eigenschaften der Lecithine unangenehm bemerkbar, z. B. die geringe Lagerbeständigkeit lecithinhaltiger Produkte (Schimmelbildung und sonstige Fäulniserscheinungen), dumpfer Geruch des damit behandelten Fasergutes, Zersetzungsercheinungen bei erhöhter Temperatur, Farbtonverschiebungen durch die Eigenfarbe der lecithinhaltigen Hilfsmittel, ermöglichen nur eine beschränkte Verwendung solcher Hilfsstoffe. Es besteht daher ein echtes Bedürfnis im Markt nach Austauschstoffen für Lecithine, welche unter Beibehaltung der Vorzüge des Lecithin in bezug auf Egalisierung und Weichmachungsvermögen die oben aufgeführten Nachteile nicht aufweisen.

Bei der Ausrüstung von Cellulose und Cellulose regeneratfasern

BAD ORIGINAL

109811/1901

bzw. daraus hergestellter Gewebe und Gewirke wird die sogenannte "Naßstarre" häufig sehr störend im Betriebsablauf empfunden. Auch für diesen Zweck eignen sich lecithinhaltige Produkte grundsätzlich und würden in erheblich größerem Umfang Verwendung finden, wenn sie nicht mit den vorgenannten Nachteilen behaftet wären.

Versuche, synthetische Lecithine herzustellen, welche eine größere Stabilität haben als die natürlichen, meistens aus Sojaöl gewonnenen Lecithine, scheiterten aber an der Kostenseite. (Siehe auch DRP 240 075, zitiert in Lindner "Tenside-Textilhilfsmittel-Waschrohstoffe" 2. Auflage 1964, Stuttgart, Seite 824).

Es wurde nun gefunden, daß sich natürliche und synthetische Polyamidfasern sowie Cellulose und Cellulose regenerätfasern gleichzeitig gut egalisierend färben und auch weichmachen lassen, indem man die Färbung in Anwesenheit der Alkanolaminsalze partieller Polyphosphorsäureester von Alkylenoxidanlagerungsprodukten acylierter Polyalkylenpolyamine durchführt.

Diese Salze haben den Vorteil alle Bestandteile der natürlichen Lecithine, nämlich Phosphorsäurereste, Fettsäurereste, alkoholische und Aminogruppen zu enthalten, ohne dabei die Nachteile der natürlichen Lecithine aufzuweisen. Sie sind fäulnisbeständig, hellfarbig, im Rahmen der betrieblichen Färbetemperaturen beständig und weisen ein ausgezeichnetes Farbstoffdispergiervermögen auf. Sie verhindern ferner die Bildung von Falten und Schwielen beim Färben auf der Haspelkufe und sind auch bei den erheblichen Beanspruchungen, wie sie auf Colorplast-Maschinen (Strumpffärberei) an Hilfsmittel gestellt werden, absolut beständig, liefern einen weichen Griff und haben ein ausgezeichnetes Farbstoffdispergiervermögen. Im übrigen sind diese Lecithinaustauschprodukte preisgünstig.

Die nach der vorliegenden Erfindung zu verwendenden Erzeugnisse lassen sich nach an sich bekannten Verfahren herstellen, z. B. durch

Überführung der Polyalkylenpolyamine in die Mono- oder Diamide mit Fettsäuren oder Fettsäuregemischen, anschließende Anlagerung von 10 bis 20 Alkylenoxidgruppen, Umsetzung mit  $P_4O_{10}$  zu sauren Estern, die zum Schluß mit Alkanolaminen neutralisiert werden. Als Polyalkylenpolyamine eignen sich zum Beispiel Diäthylentriamin, Triäthylentetramin und die weiteren Glieder dieser Homologen-Reihe ebenso, wie auch die entsprechenden Polypropylenpolyamine. Bevorzugt lassen sich neben den reinen, gesättigten oder ungesättigten, Monocarbonsäuren mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Kette die aus natürlichen Fetten und Ölen gewonnenen Fettsäuregemische verwenden, z. B. Cocosfettsäure, Palmkernölfettsäure, Palmölfettsäure, Erdnußölfettsäure, Klauenöl- und Talgfettsäure, wie auch durch synthetische Verfahren gewonnene Fettsäuren, wie sie z. B. in der Paraffinoxidation anfallen. Als Alkylenoxide eignen sich besonders Äthylenoxid und Propylenoxid, die allein oder im Gemisch miteinander oder mehrstufig an die Polyalkylenpolyamine-Amide angelagert werden können, mengenmäßig abhängig von der gewünschten Löslichkeit und vom Weichmachungs- und Dispergiervermögen. Die Neutralisation der sauren Polyphosphorsäureester läßt sich mit Äthanolaminen und/oder Propanolaminen durchführen. Je nach den praktischen Erfordernissen lassen sich die erfindungsgemäß zu verwendenden Estersalze auch mit an sich bekannten anionaktiven oder nichtionogenen Dispergier- oder Weichmachungsmitteln abmischen.

Die Lecithinaustauschprodukte nach dem vorliegenden Verfahren sind glatt in Wasser löslich. Die Lösungen, die höchstens eine schwache Opaleszenz aufweisen, sind praktisch unbeschränkt lagerbeständig, während Lecithin bekanntermaßen, selbst bei Zusatz von erheblichen Mengen von Emulgatoren, sich nur schwer in Lösung oder Dispersion bringen läßt. Diese Dispersionen sind meist instabil und neigen zu biologischen Zersetzungserscheinungen.

BAD ORIGINAL

109811/1901

Beispiel 1

Färbung von Wollstückware auf der Haspelkufe

a) Flottenverhältnis 1 : 30

Färbezeit: in 30 min von 40 auf 98°C aufgeheizt, 60 min bei 98°C gehalten.

Anschließend nach Abmustern gespült.

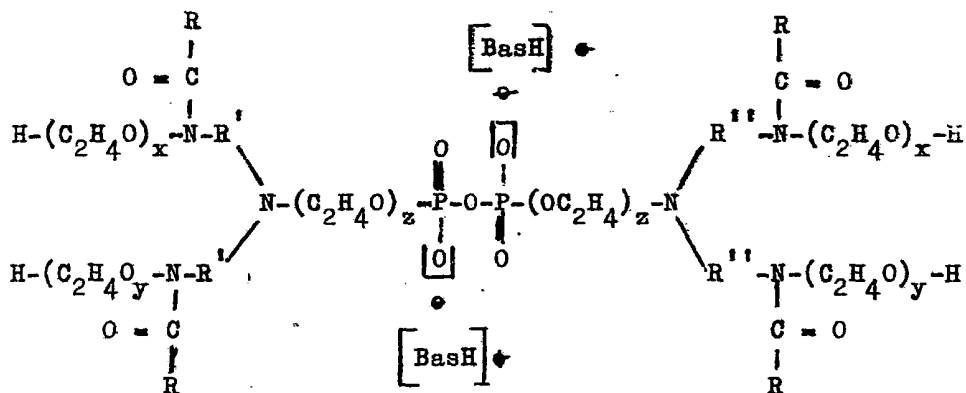
Zusammensetzung der Färbeflotte bezogen auf das Warengewicht:

4 % Ameisensäure 85 %ig

5 % Natriumsulfat

2 % Supracenblau GE

2 % eines 30 %igen Produktes etwa folgender Konstitution:



Worin bedeuten  $R = C_8 - C_{18}$   
 $R' = -C_2H_4-$   
 $R'' = -C_3H_6$

$(x + y + z) = 15$   
 $[BasH] = [HN(C_2H_4OH)_3]$

b) Vergleichsweise Färbung wie vor beschrieben, aber als Färbereihilfsmittel 2 % techn. Sojalecithin mit Zusatz von 15 Gewichtsprozent eines Kokosfettalkoholadduktes mit 12 Äthylenoxidgruppen.

Im Fall a) wie b) wurde in gleicher Weise ausgefärbt und nach dem

Trocknen die Wollware verglichen. Dabei zeigte sich, daß die nach a) gefärbte Ware einwandfrei egal war, keine Streifen zeigte, einen angenehmen weichen Griff aufwies, ohne Falten und ohne jeglichen Geruch war. Die nach b) gefärbte Ware erwies sich dagegen als fleckig. Auf dem Bad zeigten sich Abscheidungen von Lecithin. Ferner waren an dem fertiggestellten Stück Quetschfalten zu beobachten und die Ware wies überdies einen unangenehmen, ranzigen Fettsäuregeruch auf.

### Beispiel 2

#### Färbung von Polyamid-Helanca

1) Flottenverhältnis 1 : 30

Färbezeit: in 30 min von 40 auf 98°C aufgeheizt, 60 min bei 98°C gehalten.

Anschließend nach Abmustern gespült.

Zusammensetzung der Färbeflotte bezogen auf das Warengewicht:

2 % Essigsäure 60 %ig

2 % Telonlichtblau B

2 % eines Färbereihilfsmittels, wie unter Beispiel 1 a) erwähnt, wobei allerdings die Fettsäure Stearinsäure war.

b) Badzusammensetzung wie vor, aber als Färbereihilfsmittel 2 % eines 60 %igen hochsulfonierten Rizinusöles.

Nach dem Trocknen der Ware zeigte sich, daß das gefärbte Gut nach 2 a) egal gefärbt war, einen sehr angenehmen weichen Griff aufwies und auch völlig geruchsfrei ist. Das nach 2 b) gefärbte Material war nach der angegebenen Färbezeit teils fleckig, teils streifig und es bedurfte noch einer Nachbehandlung im Färbebad von ungefähr einer Stunde, um annähernd den gleichen Egalisierungseffekt zu erhalten wie bei 2 a).

### Beispiel 3

#### Prüfung auf das Migrierverhalten von Färbungen von Polyamid/Helanca

BAD ORIGINAL

109811/1901

2 % Telonechtblau ESN

2 % Essigsäure

2 % eines Hilfsmittels, wie unter Beispiel 1 a) erwähnt,  
wobei statt der Cocosfettsäure, Talgfettsäure verwendet wurde.

Die in üblicher Weise gefärbten Materialabschnitte werden anschließend mit der gleichen Menge ungefärbter Polyamidware unter Zusatz von 2 % Essigsäure, 60 min gekocht und das Überfärben des Farbstoffes von der gefärbten Ware auf die Rohware geprüft. Im Vergleich dazu wurden mit einem Gemisch aus Lecithin unter Zusatz von 10 % Oleylamin 15 ÄO und 10 % Cocosfettalkohol 12 ÄO ausgefärbt und anschließend, wie vorbeschrieben, die Überfärbung des Farbstoffes von der gefärbten auf die Rohware überprüft. Abgesehen davon, daß sich auch in diesem Fall unangenehme Gerucherscheinungen auf der Ware zeigten, wurde das Farbstoffmigrierungsvermögen durch das erfindungsgemäße Hilfsmittel ganz erheblich verbessert.

#### Beispiel 4

##### Dispergiertest

0,5 g/l Dispersionsfarbstoff (Resolinblau FBL)

1 com/l Essigsäure 60 %ig

2 g/l Ammonsulfat

1 g/l eines Hilfsmittels, entsprechend dem hier beschriebenen

Verfahren etwa folgender Konstitution: (Siehe Formel in Beispiel 1) wurden am Rückflußkühler mit Permutitwasser eine Stunde gekocht und anschließend über ein Papierfilter abgenutscht. Vergleichsweise wurden sowohl hochsulfonierte Öle, wie auch Lecithin mit Zusatz von 15 % eines äthoxilierten Stearylalkohols als Dispergiermittel verwendet und nach dem Kochen die Flotten gleichfalls über Papierfilter abgenutscht. Nach dem Trocknen zeigte sich, daß aus der Flotte, welche mit dem Präparat nach der vorliegenden Erfindung angesetzt war, auf dem Filter der Farbstoff ganz gleichmäßig verteilt war, während sich aus der Flotte, welche mit dem hochsulfonierten Öl angesetzt war,



**Dr. Th. Böme K. G., Chem. Fabrik**  
**1619372**

- 7 -